

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-158756

(43)Date of publication of application : 16.06.1998

(51)Int.Cl.

C22C 1/02  
 C22C 1/02  
 B22D 17/00  
 B22D 21/04  
 C22C 21/10  
 C22C 23/00

(21)Application number : 08-317313

(71)Applicant : UBE IND LTD

(22)Date of filing : 28.11.1996

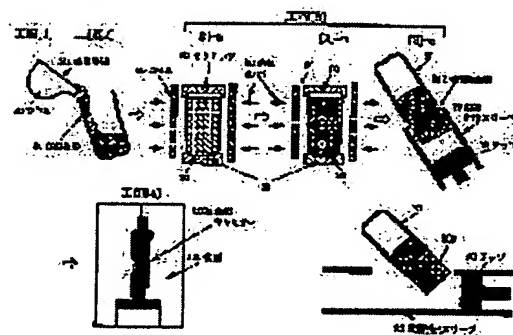
(72)Inventor : ADACHI MITSURU  
 SATO SATOSHI  
 HARADA YASUNORI  
 SASAKI HIROTO

## (54) METHOD FOR MOLDING SEMI-MOLTEN METAL

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for molding molten metal by which a molding having fine and spherical thixo structures is obtd. simply and easily at a low cost without using the conventional mechanical stirring method or electromagnetic stirring method.

SOLUTION: An aluminum alloy melt M1 or magnesium alloy melt M1 contg. a crystal grain fining agent held at  $<50^{\circ}\text{C}$  in the degree of superheating to a liquidus temp. is directly poured into a holding vessel 20 without using a cooling jig. While this melt is cooled down to the molding temp. at which a prescribed liquid phase rate is exhibited, the melt is held for 30 seconds to 30 minutes. In such a case, the alloy in a liquid state below  $10^{\circ}\text{C}$  in the degree of superheating to the liquidus temp. at which the pouring is executed or the alloy M2 in a solid-liquid coexistence state of  $<5^{\circ}\text{C}$  in the fall of the temp. from the liquidus temp. is lowered in the temp. within 10 minutes in the temp. range lower by  $5^{\circ}\text{C}$  than the liquidus temp. from the initial temp., by which the fine primary crystals are crystallized into the alloy liquid. The alloy liquid is then taken out of the holding vessel and is supplied to metal molds 100 for molding, by which the liquid is press molded.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 12.01.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3246363

[Date of registration] 02.11.2001

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-158756

(43) 公開日 平成10年(1998) 6月16日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>  
C 2 2 C 1/02識別記号  
5 0 1  
5 0 3F I  
C 2 2 C 1/025 0 1 B  
5 0 3 J  
5 0 3 I.B 2 2 D 17/00  
21/04B 2 2 D 17/00  
21/04

審査請求 未請求 請求項の数11 OL (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平8-317313  
(22) 出願日 平成8年(1996)11月28日(71) 出願人 000000206  
宇部興産株式会社  
山口県宇部市西本町1丁目12番32号  
(72) 発明者 安達 充  
山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地  
宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内  
(72) 発明者 佐藤 智  
山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地  
宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内

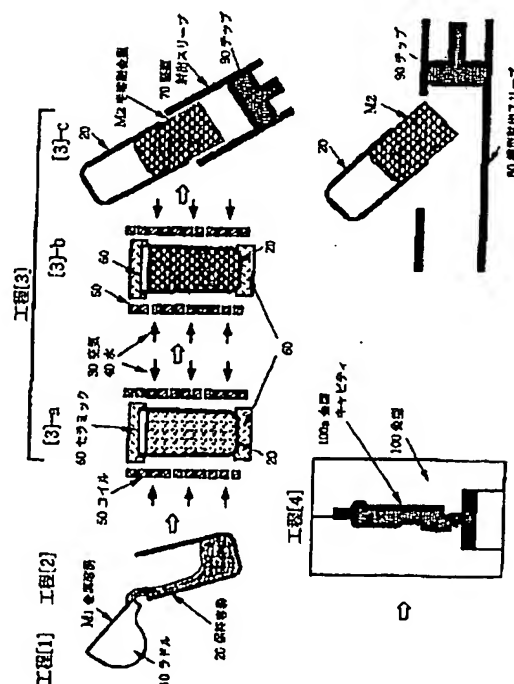
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半熔融金属の成形方法

(57) 【要約】

【課題】 従来の機械攪拌法や電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ球状のチクソ組織を有する成形体が得られる溶融金属の成形方法を提供するものである。

【構成】 液相線温度に対する過熱度が50℃未満に保持された結晶粒微細化剤を含むアルミニウム合金溶湯、または、マグネシウム合金溶湯を冷却治具を使用することなく直接保持容器内に注湯し、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ30秒～30分間保持する工程において、注湯された液相線温度に対する過熱度が10℃未満の液体状態の合金、あるいは、液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の合金、の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分以内に温度降下させることにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させ、該保持容器から取り出し、成形用金型に供給して加圧成形する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 液相線温度に対する過熱度が50℃未満に保持された結晶粒微細化剤を含むアルミニウム合金溶湯、または、マグネシウム合金溶湯を冷却治具を使用することなく直接保持容器内に注湯し、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ30秒～30分間保持する工程において、

注湯された液相線温度に対する過熱度が10℃未満の液体状態の合金、あるいは、液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の合金、の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分以内に温度降下させることにより、微細な初品を該合金液中に晶出させ、該保持容器から取り出し、成形用金型に供給して加圧成形することを特徴とする半溶融金属の成形方法。

【請求項2】 アルミニウム合金をTiを0.03%～0.30%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯時の該アルミニウム合金の過熱度を30℃未満とした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項3】 アルミニウム合金をTiを0.005%～0.30%、Bを0.001%～0.01%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯する時の該アルミニウム合金の過熱度を50℃未満とした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項4】 アルミニウム合金をTiを0.03%～0.30%、Znを3.0%～8.0%、Mgを1.0%～4.0%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯時の該アルミニウム合金の過熱度を30℃未満とした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項5】 アルミニウム合金をTiを0.03%～0.30%、Bを0.001%～0.01%、Znを3.0%～8.0%、Mgを1.0%～4.0%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯時の該アルミニウム合金の過熱度を50℃未満とした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項6】 マグネシウム合金をCaを0.05%～0.30%添加したマグネシウム合金、または、Siを0.01%～1.5%およびSrを0.005%～0.1%添加したマグネシウム合金とし、保持容器内に注湯時の該マグネシウム合金の過熱度を25℃未満とした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項7】 A1-Ti-B母合金を使用して給湯用ラドル内の溶湯中にBを含有させる方法および保持容器への注湯前における給湯用ラドル内溶湯の過熱度の調整は、あらかじめ650℃以上に保持された溶解保持炉内で該母合金を溶解後に所定の過熱度まで降温するか、給湯用ラドル内の溶湯の初期温度を650℃以上とし該母合金を該溶湯中において溶解した後に該合金の溶湯温度を液相線温度に対して所定の過熱度とするために冷却棒を所定の時間浸漬するか、あるいは、あらかじめ準備されたB量の高い同組成の合金溶湯を給湯用ラドル内の所

定の過熱度にすでに温度調整された溶湯に混合し希釈するか、あるいは、該母合金を高周波誘導加熱装置の誘導コイル内にて所定の量を急速溶融し給湯用ラドル内の所定の過熱度にすでに温度調整された溶湯に投入することとした請求項3記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項8】 給湯用ラドルは、熱伝導率が1kcal/mhr℃以上の材質からなり、かつ、該給湯用ラドルの平均厚みが3mm以下のものであって、溶湯を給湯用ラドルに注いだ後は保持容器内に注湯完了するまでは該給湯用ラドルに温度低下防止保護カバーを設置し、注湯完了後は該保護カバーを除去することとした請求項7記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項9】 保持容器の中に注湯された合金の冷却方法を、該保持容器の外側から該保持容器に向けて、少なくとも空気または水のいずれかを噴射するようにした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項10】 保持容器に注湯された合金の温度保持は、誘導加熱により該保持容器内の該合金各部の温度を遅くとも成形する時までには所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整することとする請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項11】 少なくとも保持容器の上部、下部のいずれかを保温するかあるいは、該保持容器の中央部に比べて高温に加熱するか、あるいは、保持容器の上部、下部の厚みを該保持容器の中央部よりも薄くした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半溶融金属の成形方法に係り、液相線温度に対する過熱度が50℃未満に保持された結晶粒微細化剤を含むアルミニウム合金溶湯、マグネシウム合金溶湯を冷却治具を使用することなく直接保持容器に注湯し、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ30秒～30分間保持する工程において、注湯された液相線温度に対する過熱度が10℃未満の液体状態の合金あるいは液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の合金の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分以内に温度降下させることにより、微細な初品を該合金液中に晶出させ、該保持容器から該合金取り出し成形用金型に供給して加圧成形することを特徴とする半溶融金属の成形方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】チクソキャスト法は、従来の鋳造法に比べて鋳造欠陥や偏析が少なく、金属組織が均一で、金型寿命が長いことや成形サイクルが短いなどの利点があり、最近注目されている技術である。この成形法(A)において使用されるピレットは、半溶融温度領域で機械攪拌や電磁攪拌を実施するか、あるいは加工後の再結晶を利用することによって得られた球状化組織を特徴とす

3

るものである。これに対して、従来鋳造法による素材を用いて半溶融成形する方法も知られている。

【0003】これは、たとえば、等軸晶組織を発生しやすいマグネ合金においてさらに微細な結晶を生じせしめるためにZrを添加する方法(B)や炭素系微細化剤を使用する方法(C)であり、またアルミ合金において微細化剤としてA1-5%Ti-1%B母合金を従来の2倍~10倍程度添加する方法(D)であり、これら方法により得られた素材を半溶融温度域に加熱し初晶を球状化させ成形する方法である。

【0004】また、固相線以内の合金に対して、固相線近くの温度まで比較的急速に加熱した後、素材全体の温度を均一にし局部的な溶融を防ぐために、固相線を越えて材料が柔らかくなる適当な温度まで緩やかに加熱して成形する方法(E)が知られている。また、傾斜冷却板に700℃程度アルミニウム溶湯を流し、半溶融アルミニウムを得、容器に集めて冷却する方法(F)が知られている。

【0005】一方、ビレットを半溶融温度領域まで昇温し成形する方法と異なり、球状の初晶を含む融液を連続的に生成し、ビレットとして一旦固化することなく、そのままそれを成形するレオキャスト法(G)が知られている。また、冷却体および傾斜冷却体に溶融金属を接触させて得られた少なくとも一部が固液共存状態である金属を半溶融温度域に保持することによりレオキャスト用スラリを得る方法(H)が知られている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述した(A)の方法は攪拌法や再結晶を利用する方法のいずれの場合も煩雑であり、製造コストが高くなる難点がある。また、マグネシウム合金においては(B)の場合には、Zrが高コスト的に問題であり、(C)の方法では、炭化物系微細化剤を使用してその微細化効果を十分に發揮させるためには、酸化防止元素であるBeを、たとえば、7ppm程度に低く管理する必要があり、成形直前の加熱処理時に酸化燃焼しやすく、作業上不都合である。

【0007】一方、アルミニウム合金においては、単に微細化剤を添加するだけでは500μm程度であり、200μm以下の微細な結晶粒の組織を得ることは容易ではない。このため、多量に微細化剤を添加する方法

(D)があるが、微細化剤が炉底に沈降しやすく工業的には難しく、かつコストも高い。さらに(E)の方法では、固相線を越えてから緩やかに加熱して素材の均一加熱と球状化を図ることを特徴とするチクソ成形法が提案されているが、通常のデンドライト組織を加熱してもチクソ組織(初晶デンドライトが球状化されている)には変化しない。(F)の方法では、簡便に球状粒子の組織を示す半溶融アルミニウムを得ることが出来るが、そのまま成形するための条件は整っていない。しかも(A)

4

~(F)のいずれの場合も、チクソ成形法によって半溶融成形するためには、一旦液相を固化しそのビレットを再度半溶融温度領域まで昇温する必要があり、従来鋳造法に比べてコスト高になり、また原料としてのビレットはリサイクルが難しく、また液相率もビレットのハンドリング上の問題から高くできない。また、(G)の方法では、球状の初晶を含む融液を連続的に生成供給するため、コスト的、エネルギー的にもチクソキャストよりも有利であるが、球状組織と液相からなる金属原料を製造する機械と最終製品を製造する鋳造機との設備的連動が煩雑である。具体的には、鋳造機械が故障した場合、半溶融メタルの処置が困る。

【0008】さらに、(H)の方法では、次のような問題点がある。傾斜冷却体を用いた場合、傾斜冷却体上で発生した結晶核を含む金属が後から流れてくる金属により逐次流されるため半溶融温度域に該金属を保持することにより微細な結晶を含むスラリが得られるが、冷却体に金属が付着したり、付着しなくても傾斜冷却体上に金属が最後に残ったりし、またそのために冷却体通過時の金属の温度を低くすることができない(冷却体通過時の温度が液相線温度よりも低くなるほど微細な結晶の金属が得られるため、冷却体通過時の温度を低くしたい)。

【0009】また、次のような問題点がある。すなわち、冷却体に接触させた後半溶融温度域に所定の時間保持することになっているが、一旦凝固させてビレットとした後再加熱後成形することと特徴とするチクソキャスト法と異なり、所定の時間保持後の半溶融メタルをそのまま成形する場合、工業的な連続運転を考えた時、短時間で成形に適した所定の液相率を示す温度分布の良い合金を得る必要がある。しかし、単に保持するだけでは成形に適した液相率と温度分布を有するレオキャスト用の半溶融金属を得ることはできない。

【0010】本発明は、上述の従来の各方法の問題点を幹目し、ビレットを使用することなくしかも煩雑な方法を探ることなく、簡便容易に、球状化した初晶を含む均一な組織を有する半溶融金属を得て、加圧成形する方法を提供することを目的とするものである。

【0011】

【課題を解決するための手段】このような問題を解決するために、本発明においては、第1の発明では、液相線温度に対する過熱度が50℃未満に保持された結晶粒微細化剤を含むアルミニウム合金溶湯、または、マグネシウム合金溶湯を冷却治具を使用することなく直接保持容器内に注湯し、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ30秒~30分間保持する工程において、注湯された液相線温度に対する過熱度が10℃未満の液体状態の合金、あるいは、液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の合金、の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分以内に温度降下させることにより、微細な初晶を該合金液中に品出させ、該保

持容器から取り出し、成形用金型に供給して加圧成形するようにした。

【0012】また、第2の発明では、第1の発明におけるアルミニウム合金をT1を0.03%~0.30%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯時の該アルミニウム合金の過熱度を30℃未満とした。また、第3の発明では、第1の発明におけるアルミニウム合金をT1を0.005%~0.30%、Bを0.001%~0.01%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯する時の該合金の過熱度を50℃未満とした。さらに、第4の発明では、アルミニウム合金をT1を0.03%~0.30%、Znを3.0%~8.0%、Mgを1.0%~4.0%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯時の該アルミニウム合金の過熱度を30℃未満とした。

【0013】また、第5の発明では、アルミニウム合金をT1を0.03%~0.30%、Bを0.001%~0.01%、Znを3.0%~8.0%、Mgを1.0%~4.0%添加したアルミニウム合金とし、保持容器内に注湯時の該アルミニウム合金の過熱度を50℃未満とした。また、第6の発明では、マグネシウム合金をCaを0.05%~0.30%添加したマグネシウム合金、または、Siを0.01%~1.5%およびSrを0.005%~0.1%添加したマグネシウム合金とし、保持容器内に注湯時の該マグネシウム合金の過熱度を25℃未満とした。

【0014】そして、第7の発明においては、A1-T1-B母合金を使用して給湯用ラドル内の溶湯中にBを含有させる方法および保持容器への注湯前における給湯用ラドル内溶湯の過熱度の調整は、あらかじめ650℃以上に保持された溶解保持炉内で該母合金を溶解後に所定の過熱度まで降温するか、給湯用ラドル内の溶湯の初期温度を650℃以上とし該母合金を該溶湯中において溶解した後に該合金の溶湯温度を液相線温度に対して所定の過熱度とするために冷却棒を所定の時間浸漬するか、あるいは、あらかじめ準備されたB量の高い同組成の合金溶湯を給湯用ラドル内の所定の過熱度にすでに温度調整された溶湯に混合し希釈するか、あるいは、該母合金を高周波誘導加熱装置の誘導コイル内にて所定の量を急速溶融し給湯用ラドル内の所定の過熱度にすでに温度調整された溶湯に投入することとした。

【0015】また、第8の発明では、第7の発明において、給湯用ラドルは、熱伝導率が $1 \text{ k cal / m hr } ^\circ \text{C}$ 以上の材質からなり、かつ、該給湯用ラドルの平均厚みが3mm以下のものであって、溶湯を給湯用ラドルに吸込んだ後は保持容器内に注湯完了するまでは該給湯用ラドルに温度低下防止保護カバーを設置し、注湯完了後は該保護カバーを除去することとした。また、第9の発明では、保持容器の中に注湯された合金の冷却方法を、該保持容器の外側から該保持容器に向けて、少なくとも空気

また水のいずれかを噴射するようにした。また、第10の発明では、保持容器に注湯された合金の温度保持は、誘導加熱により該保持容器内の該合金各部の温度を遅くとも成形する時までには所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整することとした。さらに、第11の発明においては、少なくとも保持容器の上部、下部のいずれかを保温するかあるいは、該保持容器の中央部に比べて高温に加熱するか、あるいは、保持容器の上部、下部の厚みを該保持容器の中央部よりも薄くした。

#### 【0016】

【発明実施の形態】液相線温度に対する過熱度が50℃未満に保持されたT1を含むあるいはT1、Bを含むアルミニウム合金溶湯、Caを含むあるいはSi、Srを含むマグネシウム合金溶湯を冷却治具を使用することなく直接保持容器に注湯し、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ30秒~30分間保持する工程において、注湯された液相線温度に対する過熱度が10℃未満の液体状態の合金あるいは液相率を示す成形温度まで冷却しつつ30秒~30分間保持する工程において、注湯された液相線温度に対する過熱度が10℃未満の液体状態の合金あるいは液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の合金の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を5分以内に温度低下させることにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させ、該保持容器内に入れられた合金の各部の温度を誘導加熱および容器の局部加熱あるいは局部保温により、遅くとも成形する時までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整し、該保持容器から該合金取り出し成形用金型に供給して加圧成形するようにしたため、微細かつ均一な組織を有する優れた成形体が得られる。

#### 【0017】

【実施例】以下図面に基いて本発明の実施例の詳細について説明する。図1~図16は本発明の実施例に係り、図1は最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミ合金の半熔融金属の成形方法を示す工程説明図、図2は最大固溶限内組成のマグネシウム合金あるいはアルミニウム合金の半熔融金属の成形方法を示す工程説明図、図3は球状初品の生成から成形までの工程説明図、図4は図3に示した各工程の金属組織の模式図、図5は代表的なアルミニウム合金であるAl-Si系合金の平衡状態図、図6は代表的なマグネシウム合金であるMg-Al系合金の平衡状態図、図7は微細化剤の溶湯への添加方法を示す工程説明図、図8はAl-C4CH合金(Al-7%Si-0.3%Mg-0.15%T1)の初晶の形態に及ぼすB量と注湯時の溶湯の過熱度の影響を示すグラフ、図9は7075合金(Al-5.5%Zn-2.5%Mg-1.6%Cu-0.15%T1系)の初晶の形態に及ぼすB量と注湯時の溶湯の過熱度の影響を示すグラフ、図10はAl-Zn-Mg-0.05%T1合金の初晶

の形態に及ぼすZn量とMg量の影響を示すグラフ、図11～図13は本発明例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図、図14～図16は比較例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【0018】本発明においては、図1、図2、図3に示すように、まず、液相線温度に対する過熱度が5℃未満に保持された結晶粒微細化剤（以下微細化剤という）を含む最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金、あるいは、最大固溶限内組成のマグネシウム合金またはアルミニウム合金の溶湯を、保持容器20に注湯し、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ30秒～30分間保持する工程において、注湯された液相線温度に対する過熱度が1℃未満の液体状態の合金、あるいは、液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の合金、の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分以内に温度降下させることにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させ、該保持容器20から該合金取り出し成形用金型100に供給して加圧成形するようにした。

【0019】本発明でいう「保持容器」とは、注湯された金属溶湯を所定の液相率まで冷却し、微細な組織を晶出させるために用いるものであるが、該保持容器の熱伝導率（室温）が1.0 kcal/h r℃未満の場合は、断熱性が良いため、該保持容器に注がれた溶湯が所定の液相率を示す温度まで冷却保持される時間が長くなり、作業能率が悪く、かつ、生成した初晶も粗くなり成形性が低下する。このため、保持容器20の熱伝導率は1.0 kcal/m h r℃とすることが望ましい。また、材質は金属、または非金属、あるいは非金属を塗布した金属、のいずれでも構わない。また、保持容器20の厚みに関しては、注湯された後、保持容器20の壁面に接する溶湯より凝固層が発生しないか、あるいは発生してもその後の高周波誘導装置により容易に再熔融する厚みとすることが望ましく、合金の種類および保持容器20の合金の重量により適宜決定される。ちなみに、2 kg程度の鋳物の製造に当たっては、たとえば、平均厚みが3 mm以下のステンレス容器や鋳鉄容器が使用される。

【0020】また、「所定の液相率」とは、加圧成形に適する液相率を意味する。ダイカスト鋳造、スクイズ鋳造などの高圧鋳造では液相率は75%未満、好ましくは40%～65%とする。40%未満では保持容器30からの取り出しが容易でなく、また取り出された素材の成形性が劣る。一方、75%を超える場合は素材が軟らかいためハンドリングが難しいばかりでなく、ダイキャスト機の金型内溶融金属を射出するための射出スリーブ70、80への挿入時に周辺空気を巻き込み、あるいは成形された鋳造品の金属組織には偏析が発生して均一な組織が得にくいなどの問題がある。このため、75%以下、好ましくは65%以下とする。押出法や鍛造法では、1.0%～70%、好ましくは10%～65%とす

る。70%を超える場合は組織の不均一が生じる惧れがある。このため、70%以下、好ましくは65%以下とする。また、1.0%未満では変形抵抗が高いので、

1.0%以上とする。なお、40%未満の液相率の合金を用いて押出法や鍛造法を行なう場合、40%以上の液相率で該合金を容器から取り出し、その後40%未満に液相率を下げる。

【0021】また、合金を保持容器20の中に「注湯する方法」は、注湯された溶湯中に結晶核（微細結晶）を発生させることが出来るものであり、異質核としてあるいは結晶遊離促進元素として、働く微細化剤の効果を発現させるために、所定の速度で注湯し、しかも液相線温度に対する過熱度を5℃未満の所定の過熱度とする。この過熱度は、添加する微細化剤の種類、添加量により異なる（なお、限定理由については後述する）。

【0022】注湯速度は、速すぎると注湯される溶湯中に空気が巻き込まれやすく、遅すぎると微細化剤の添加の効果が十分出ないし、工業的に能率が悪いので、空気を巻き込みしない範囲の適正な速度で注ぐことが大切である。適正な速度とは、①式で求められる速度よりも速く、②式で求められる速度よりも遅くする。

①式： $Y = 0.015X + 0.02$ （好ましくは $Y = 0.03X + 0.02$ ）

②式： $Y = 0.17X + 0.6$

ここで、Yは注湯速度（℃/s）、Xは注湯重量（kg）を示す。具体的には、以下の手順により作業を進める。図3および図4の工程〔1〕において、給湯用ラドル（以下ラドルともいう）10に入れられた微細化剤を含む完全液体である合金M1を、工程〔2〕において保持容器（セラミック塗布金属容器、もしくはセラミック容器）20に静かにかつ速やかに注湯し、結晶核（微細結晶）を含む液相線温度近傍の液体状態の合金、液相線温度近傍の固液共存状態の合金を得る。

【0023】次に、工程〔3〕において該合金を、注湯された液相線温度に対する過熱度が1℃未満の液体状態、あるいは、液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分以内に温度降下させることにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させつつ、誘導加熱（保持容器20回りの加熱コイル50に通電すること）により、該保持容器20内の合金の各部の温度を、遅くとも成形する時までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整する。冷却に当たっては、保持容器20の外側から保持容器20に向けて空気30（または水40）を噴射する。また、必要に応じて保持容器20の上部、下部をセラミック60で保温するか、もしくは、ヒータ（たとえば赤外線ヒータ）で加熱した保持容器20において半熔融状態で保持し、導入された結晶核から微細な球状（非デンドライト状）の初晶を生成させる。このようにして得られた所定の液相率を



有する半溶融合金M2を、たとえば、工程[3]-cのように保持容器20を反転し、ダイキャストの堅型射出スリーブ70、横型射出スリーブ80に挿入した後、ダイカストマシンの金型キャピティ100a内で加圧成形して成形品を得る。なお、反転した半溶融合金は、保持容器20内で上部に位置していた表面部をチップ90側に置くこととする。これにより、半溶融合金M2の表面部に存在する酸化物の混入を防ぐことができる。

【0024】図1～図4に示す本発明方法と従来のチクソキャスト法、レオキャスト法の違いは図より明らかである。すなわち、本発明では従来法のように、半溶融温度領域で品出した初品を機械攪拌や電磁攪拌で強制的に破碎球状化することではなく、半溶融温度領域での温度低下とともに液中に導入された結晶核を起点として品出、成長する多数の初品が合金自信が持っている熱量により（必要に応じて外部から加熱保持されることもありうる）連続的に粒状化されるものであり、また、チクソキャスト法におけるピレットの再昇温による半溶融の工程が省かれているため極めて簡便な方法である。

【0025】上述した各工程、すなわち、図3に示す保持容器20への注湯工程、粒状化工程それぞれにおいて設定された条件や本発明で示した数値限定理由について以下に説明する。過熱度は、Tiを含むアルミニウム合金では、該合金の液相線温度に対する過熱度を30℃未満とし、TiおよびBを含むアルミニウム合金では、該合金の液相線温度に対する過熱度を50℃未満とし、CaあるいはSi、Srを含む合金では、該合金の液相線温度に対する過熱度を25℃未満とする。保持容器20に注湯された合金の液相線温度に対する過熱度がこれらより高ければ、（1）結晶の核発生が少なく、しかも、（2）容器に注がれた時の合金の温度が高いために残存する結晶核の割合も少なく、初品のサイズが大きく、不定形のデンドライトが発生する。

【0026】微細球状結晶を得るために添加する微細化剤の量は、アルミニウム合金においては、Ti単独添加の場合、その量が0.03%未満では微細化効果は小さく、0.30%を超えれば粗大なTi化合物が発生し延性が低下するので、Tiは0.03%～0.30%とする。

【0027】Ti、B複合添加では、Tiが0.005%未満であればその効果は小さく、0.30%を超えれば粗大なTi化合物が発生し延性が低下するので、Tiは0.005%～0.30%とする。BはTiと相まって微細化を促進するが、0.001%未満であれば微細化効果は小さく、0.01%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないので、Bは0.001%～0.01%とする。

【0028】マグネシウム合金においては、Ca添加の場合、0.05%未満では微細化効果は小さく、0.30%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できない

のでCaは0.05%～0.30%とする。Sr、Si複合添加の場合、Srが0.005%未満であれば微細化効果は小さく、0.1%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないので、0.005%～0.1%とする。SiはSrと相まって微細化を促進するが、0.01%未満であれば微細化効果は小さく、1.5%を超えて添加してもそれ以上の効果は期待できず、しかも延性が低下するのでSiは0.01%～1.5%とする。

【0029】TiあるいはTi、Bを添加したAl-Zn-Mg系合金においては、Znが3%未満であれば微細な球状結晶は得られず、8%より多く添加してもそれ以上の効果は期待できず、しかも鋳造性が低下するため、Znは3%～8%とする。Mgが1%未満であれば微細な球状結晶は得られず、4%より多く添加してもそれ以上の効果は期待できず、しかも鋳造性が低下するため、Mgは1%～4%とする。

【0030】また、保持容器20の中に注湯された合金の成形温度までの「冷却方法」は、所定の時間内に強制的に冷却させるために行われるものであり、保持容器20の外部から空気または水を噴射する。

【0031】また、保持容器20に注湯された合金の「温度保持」は、急速に冷却することにより生じた保持容器各部の温度の不均一を誘導加熱により遅くとも成形する時までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整するようになり、鋳造機械の故障発生時の半溶融金属の温度保持を目的とするものである。成形温度が共晶温度より高い場合には、保持容器20内の代表温度（保持容器内に入れられた合金の中心温度）が目標成形温度に対して10℃以上低下しない段階までに、所定量の電流を所定の時間内に流して目標成形温度に対して-5℃～+5℃の温度範囲に収める。成形温度が2元共晶温度である場合には共晶温度より低下しない段階で所定量の電流を所定の時間内に流して所定の液相率を示すようにする。

【0032】保持容器20に注湯された合金が成形に適した液相率を示すまで冷却される際に、保持容器上部および保持容器下部は、「加熱もしくは保温」が必要である。それがなされない場合、保持容器上部および/あるいは保持容器下部の合金の表皮部に、粗大なデンドライト状の初品が発生したり、凝固層が成長し保持容器20内の金属の温度分布も不均一になるため、高周波誘導により加熱しても保持容器20から合金を反転してとり出す場合、保持容器20から所定の液相率の合金を排出できなかったり、保持容器20内部に凝固層が残り、連続成形が困難になったり、温度分布が完全には改善されなかったりする。このため、注湯後、成形温度までの保持時間が短い場合、冷却過程では保持容器上部および/あるいは保持容器下部を保持容器中央部より加熱したり、あるいは、保温し、必要に応じて注湯後の冷却過程だけでなく、注湯前にあらかじめ保持容器20の上部、下部

を加熱する。また、保持容器20の上部、下部の厚みを薄くすることは、保持容器中央部に比べて凝固層の生成を抑制することに効果的である。

【0033】保持容器20に注湯された液相線温度に対する過熱度が10℃よりも高ければ、冷却速度に関係なく微細な球状結晶は得られない。このため、注湯直後の温度の液相線温度に対する過熱度は10℃未満とする。また、液相線温度に対する過熱度が10℃未満の液体状態の合金、あるいは、液相線温度に対する温度の低下が5℃未満の固液共存状態の合金、の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分より長い時間で降下する場合、微細な球状の組織を得ることができない。このため、該合金の初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間を10分以内、好ましくは5分以内で温度降下させることにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させ、保持容器20から該合金取り出し、成形用金型100に供給して加圧成形することとする。

【0034】図7は、微細化剤の溶湯への添加方法を示す工程説明図である。A1-Ti-B母合金を使用して給湯用ラドル内の溶湯中にBを含有させるために溶解保持炉200およびラドル10内の溶湯温度をあらかじめ650℃以上に保持するのは、容易にA1-Ti-B母合金を溶かすためである。図7に記載した4つの方法について説明する。

(a)法では、あらかじめ650℃以上に保持された溶解保持炉200内で該母合金を溶解後、所定の過熱度まで降温する。

(b)法では、ラドル10内の溶湯の初期温度を650℃以上とし、該母合金を該溶湯中において溶解した後、該合金の溶湯温度を液相線温度に対して所定の過熱度とするために冷却治具400を所定の時間浸漬する(冷却治具400は適宜加振しないと凝固層ができる。ただし、液相線温度に対して過熱度が10度以上であれば振動による結晶の微細化効果は期待できない。)

(c)法では、あらかじめTi、Bの含有量の高い溶湯

を準備しておき、ラドル10内の温度調整が完了している溶湯に混合希釈する。

(d)法は、誘導炉により急速に溶解された母合金をラドル内の温度調整が完了している溶湯に添加する。

なお、Mg合金に微細化剤として、CaもしくはSi、Srを添加する場合においては、図7(a)に示す要領で行なうことが出来る。

【0035】給湯用ラドル10の熱伝導率を1kcal/mhr℃以上に限定し、ラドル10の厚みを3mm以下にするのは、ラドル10への給湯時にラドル10内の溶湯の温度の低下を防ぎ、注湯完了後には急速にラドル10が冷却するために付着メタルの量を減少させるためである。なお、該給湯用ラドル10の温度低下を防止するために使用する保護カバー10aの使用要領は、図7(c)に示すとおりである。保護カバー10aの材質は、たとえば、1kcal/mhr℃未満の熱伝導率のものとする。

【0036】図8は、AC4CII合金(A1-7%Si-0.3%Mg-0.15%Ti)の初品の形態に及ぼすB量と注湯時の溶湯の過熱度の影響を示している。Ti、B複合添加の場合と異なり、Ti単独添加では、30℃を超える温度で球状結晶は得られない。

【0037】図9は、7075合金(A1-5.5%Zn-2.5%Mg-1.6%Cu-0.15%Ti系)の初品の形態に及ぼすB量と注湯時の溶湯の過熱度の影響を示すグラフである。AC4CII合金に比較して7075合金では、Bを含まずTiのみの場合でも高い過熱度で微細な球状結晶が得られる。

【0038】図10は、A1-Zn-Mg-0.05%Ti合金の初品の形態に及ぼすZn量とMg量の影響を示すグラフである。所定の量のZn、Mgを含むことにより、微細な球状結晶が得られる。

【0039】

【表1】

No.	合金	加熱温度 (°C)	微細化剤 (wt%)	容器内メタル温度 (°C)	通過時間 (min)	全体保持時間 (min)	微細化剤添加方法	ラドル材質	保持容器の冷却	誘導加熱有無	保持容器加熱保温	成形前の液相率 (%)	保持容器内メタル	球状結晶の径 (μm)	初晶サイズ (μm)	備考
1	AC4CH+Ti	10	0.15	—	612	0.3	a	セ	—	有	有	60	○	○	100	
2	AC4CH+Ti-B	35	0.15, 0.005	612	0.3	3.9	c	セ	—	有	有	60	○	○	100	
3	AC4CH+Ti-B	45	0.15, 0.005	616	1.0	5.0	a	セ	—	有	有	60	○	○	115	
4	AC4CH+Ti-B	30	0.15, 0.003	614	0.6	4.6	d	鉄	—	有	有	60	○	○	55	
5	AC4CH+Ti-B	30	0.15, 0.004	613	0.3	3.0	b	セ	空気	有	有	60	○	○	55	
6	AC4CH+Ti-B	30	0.15, 0.004	617	6.0	25.0	a	セ	水	有	有	60	○	○	130	
7	AZ91+Ca	15	0.15	—	591	0.2	a	鉄	—	有	有	60	○	○	110	
8	AZ91+Sr	15	0.4, 0.01	595	0.3	3.2	a	鉄	—	有	有	60	○	○	110	
9	7075	35	0.05	—	633	1.5	a	セ	—	有	有	60	○	○	105	
10	7075	47	0.15, 0.002	636	1.6	3.0	a	セ	—	有	有	60	○	○	60	
11	Al-4Zn-1Mg+Ti	15	0.03	—	635	1.4	a	鉄	—	有	有	60	○	○	50	
12	Al-3Zn-2.5Mg+Ti	15	0.03	—	633	1.5	a	鉄	—	有	有	60	○	○	50	
13	AC4CH+Ti	35	0.15	—	614	0.3	a	セ	—	有	有	60	○	○	150	過熱度が高い
14	AC4CH+TiB	60	0.15, 0.005	613	1.2	3.9	c	セ	—	有	有	60	○	○	160	過熱度が高い
15	AC4CH+TiB	35	0.15, 0.005	615	14.5	25.5	a	セ	—	有	有	60	○	○	150	通過時間が長い
16	AC4CH+TiB	30	0.15, 0.005	616	0.5	40.0	a	セ	—	有	有	60	○	○	180	保持時間が長い
17	AC4CH+TiB	30	0.15, 0.001	613	0.5	2.5	a	セ	—	有	有	60	○	○	100	メタル温度分布不均一
18	AC4CH+TiB	30	0.10, 0.003	614	0.5	25.0	a	セ	空気	有	有	60	○	○	110	メタル温度分布不均一
19	AC4CH	15	—	—	613	0.3	a	セ	—	有	有	60	○	○	180	微細化剤無し
20	AZ91	15	—	—	592	0.2	a	鉄	—	有	有	60	○	○	200	微細化剤無し
21	AZ91+Sr	15	0.015	—	593	0.2	a	鉄	—	有	有	60	○	○	160	5%のみ添加
22	7075	30	—	—	631	1.5	a	セ	—	有	有	60	○	○	170	微細化剤無し
23	Al-2.5Mg-27Zn	15	0.05	—	631	1.4	a	セ	—	有	有	60	○	○	150	Zn量が高い

合金 : AC4CH Al-7%Si-0.35Mg (Ti無添加)

AZ91 Mg-9%Al-0.7%Zn-0.4%Mn

7075 Al-5.5%Zn-2.5%Mg-1.6%Cu (Ti無添加)

容器内メタル温度 : 仕込み直後の温度

通過時間 : 仕込み直後の液相の初相温度から液相線温度より5℃低い温度区間の通過時間

全体保持時間 : 仕込み直後の液相の初相温度から成形温度までの保持時間

微細化剤添加方法 : a : 保持容器内溶解法 b : ラドル内溶解法

c : 希釈法

d : 高濃度溶解法

加熱点

AC4CH 615°C

AZ91 595°C

7075 635°C

ラドル材質 : セ : セラミックス製 ; ステンレス (もしくは鉄板)

保持容器加熱 : 保温 : 容器の上部、下部を加熱もしくは保温

保持容器冷却 : 冷却 : 容器の上部、下部を冷却もしくは冷却

メタル温度分布 : ○ : 目標温度に対して±5°C以内

X : 目標温度に対して±5°C以上

【0040】表1に、半溶融金属の製造条件および成形体の組織観察の結果を示す。成形は、図3に示すように、半溶融金属を射出スリーブ70に挿入し、その後スクイズ鋳造機を用いて行なった。成形条件は、加圧力950kgf/cm<sup>2</sup>、射出速度0.5m/s、鋳造品重量(ビスケット含む)1.5kg、金型温度230℃とした。

【0041】比較例13、比較例14では、液相線温度に対する過熱度が高すぎるために、微細な球状結晶は得られず、図11に示すような粗大な初晶しか得られない。比較例15では、保持容器20に注湯された溶湯の

40 初期温度から液相線温度よりも5℃低い温度区間の通過時間が10分よりも長いために、また、比較例16では保持時間が長いために、粗大な初晶しか得られない。

【0042】比較例17、比較例18では、保持容器の上部、下部の保温あるいは加熱が行なわれていないために、誘導加熱を行なった場合でも、保持容器20内の合金の温度分布は不均一である。比較例19、比較例20では、微細化剤が含まれていないために、粗大な初晶しか得られない。この状態を図14に示す。

50 【0043】比較例21では、Srのみしか添加されておらず、Sr無添加の合金に比べてそれほど微細化され

ていない。この状態を図15に示す。比較例22では、微細化剤が添加されておらず、しかも液相線温度に対する過熱度が高いために粗大な初晶しか得られない。比較例23では、Zn量が低く微細な球状の初晶は得られない。

【0044】一方、本発明1〜本発明12では、図11、図12、図13に示すように微細な球状の初晶は得られない。

【0045】

【発明の効果】以上説明したことから明かなように、本発明に係る半溶融金属の成形方法では、従来の機械攪拌法、電磁攪拌法によらず、簡便容易にかつ、低コストで微細かつ粒状の組織を有する成形体が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミ合金の半溶融金属の成形法を示す工程説明図である。

【図2】本発明に係る最大固溶限内組成のマグネシウム合金あるいはアルミニウム合金の半溶融金の成形方法を示す工程説明図である。

【図3】本発明に係る球状初晶の生成から成形までの工程説明図である。

【図4】図3に示した各工程の金属組織模式図である。

【図5】本発明に係る代表的なアルミ合金であるAl-Si系合金の平衡状態図である。

【図6】本発明に係る代表的なマグネシウム合金であるMg-Al系合金の平衡状態図である。

【図7】本発明に係る微細化剤の溶湯への添加方法を示す工程説明図である。

【図8】本発明に係るAC4CH合金(Al-7%Si-0.3%Mg-0.15%Ti)の初晶の形態に及ぼすB量と注湯時の溶湯の過熱度の影響を示すグラフである。

【図9】本発明に係る7075合金(Al-5.6Zn-2.5Mg-0.15%Ti系)の初晶の形態に及ぼすB量と注湯時の溶湯の過熱度の影響を示すグラフである。

【図10】本発明に係るAl-Zn-Mg-0.05%Ti合金の初晶の形態に及ぼすZn量とMg量の影響を

示すグラフである。

【図11】本発明例の成形体(AC4CH-0.15%Ti)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図12】本発明例の成形体(AZ91-0.01%Sr-0.4%Si)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図13】本発明例の成形体(7075-0.15%Ti-0.002%B)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図14】比較例の成形体(AC4CH-0.15%Ti)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図15】比較例の成形体(AZ91)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図16】比較例の成形体(AZ91-0.01%Sr)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図17】比較例の成形体(7075)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【符号の説明】

10 給湯用ラドル(ラドル)

20 10a 保護カバー

20 保持容器(セラミック製容器もしくは金属製容器)

30 空気

40 水

50 加熱コイル(コイル)

60 セラミック

70 縦型射出スリーブ

80 横型射出スリーブ

90 チップ

30 100 金型

100a 金型キャビティ

200 溶解保持炉

200A 溶解保持炉

300 Al-Ti-Bロッド

400 冷却治具

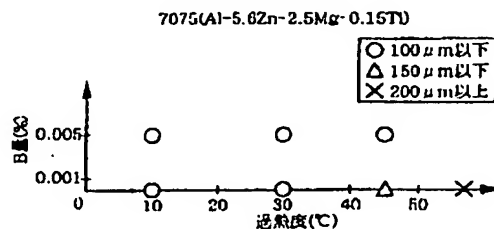
M1 金属溶湯

M2 半溶融金属

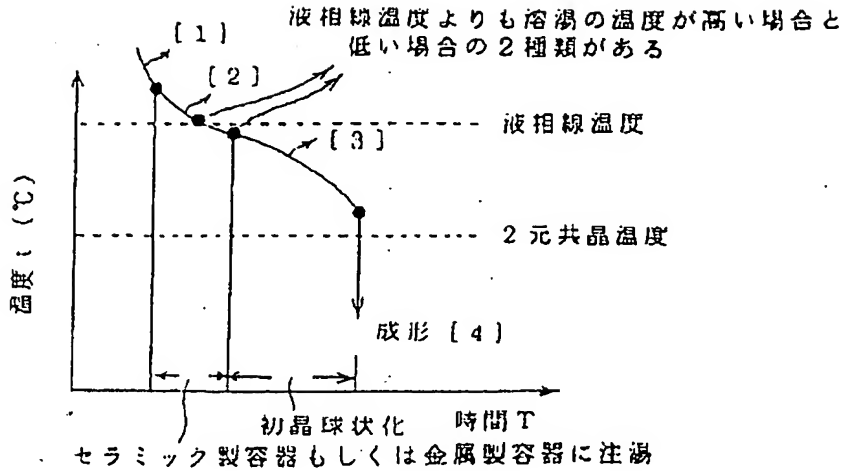
T 保持時間

t 容器内メタル温度

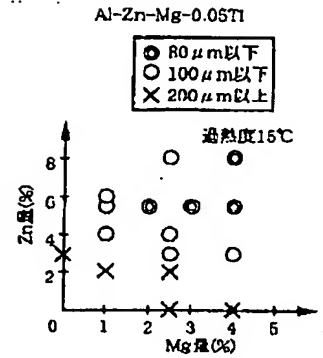
【図9】



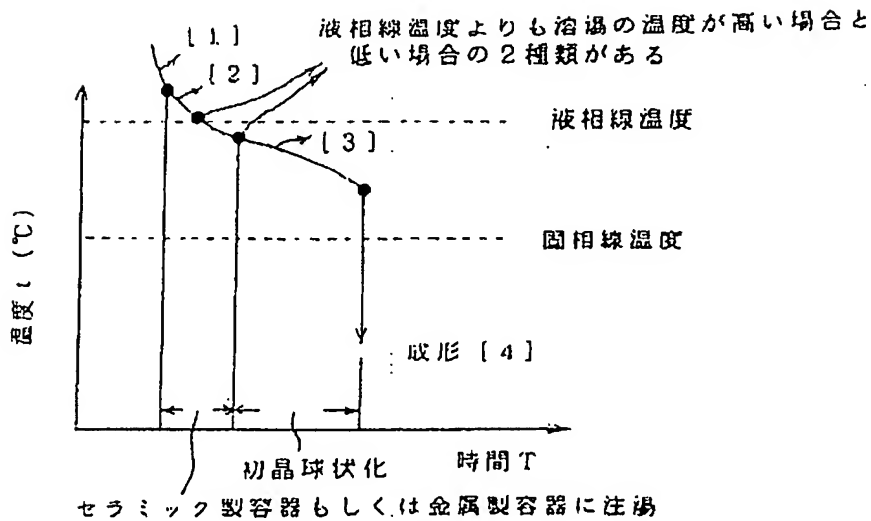
【図1】



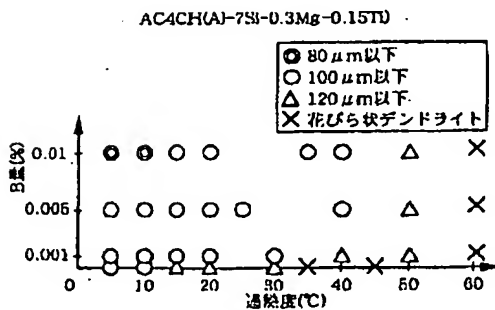
【図10】



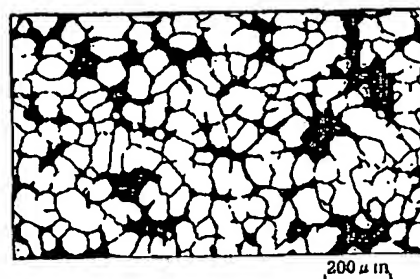
【図2】



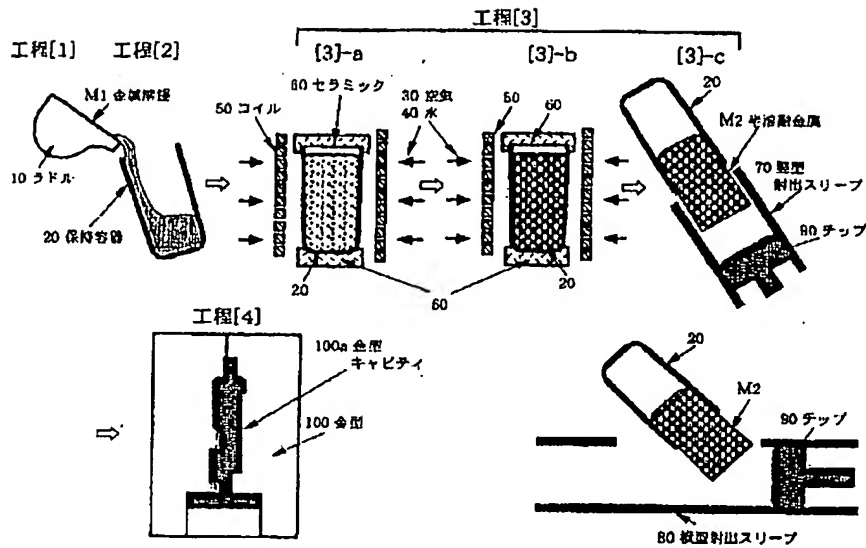
【図8】



【図11】

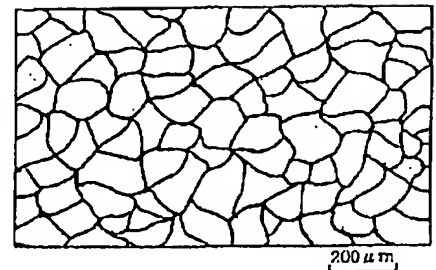
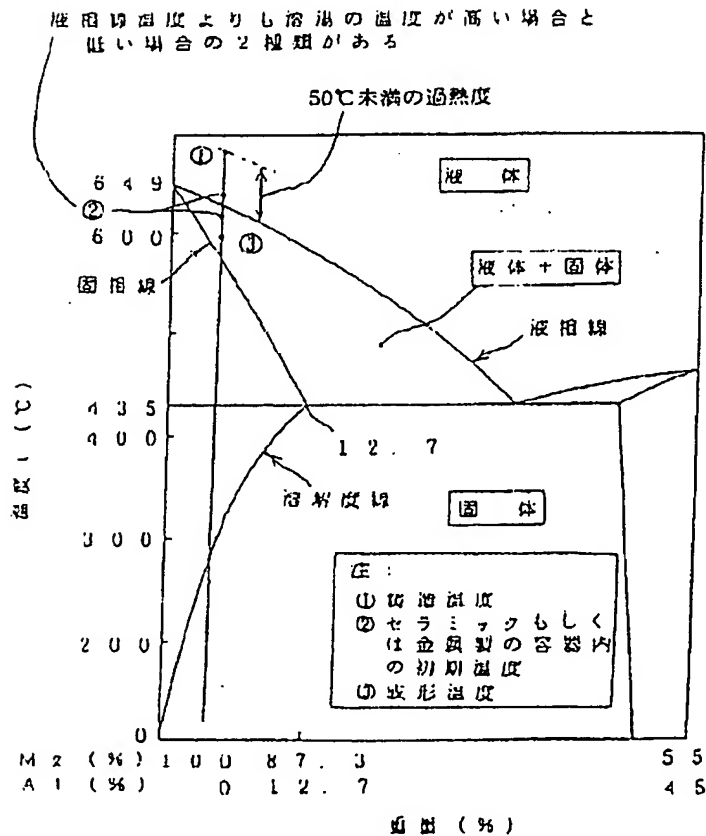


【図3】

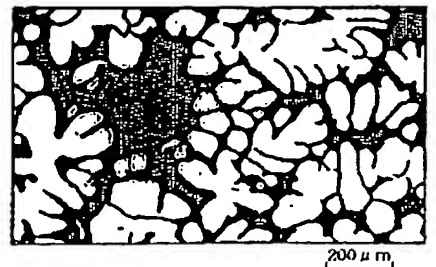


【図6】

【図12】

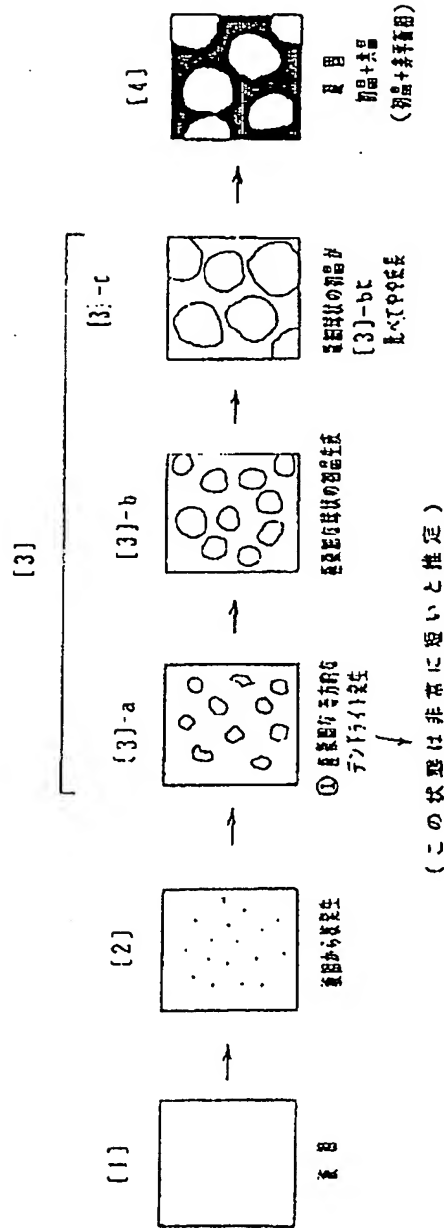


【図14】



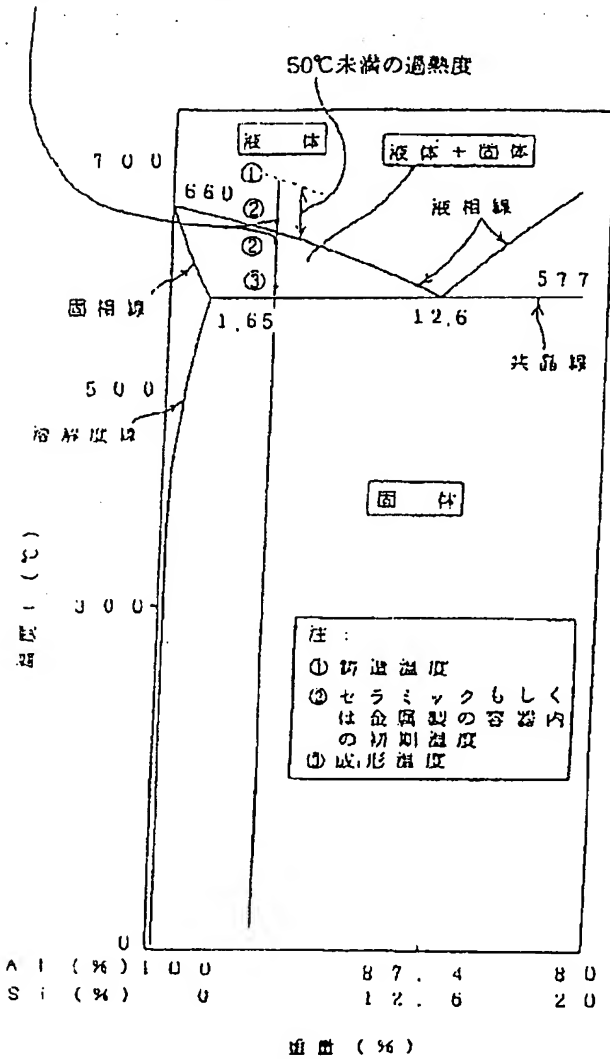
(12)

【図4】

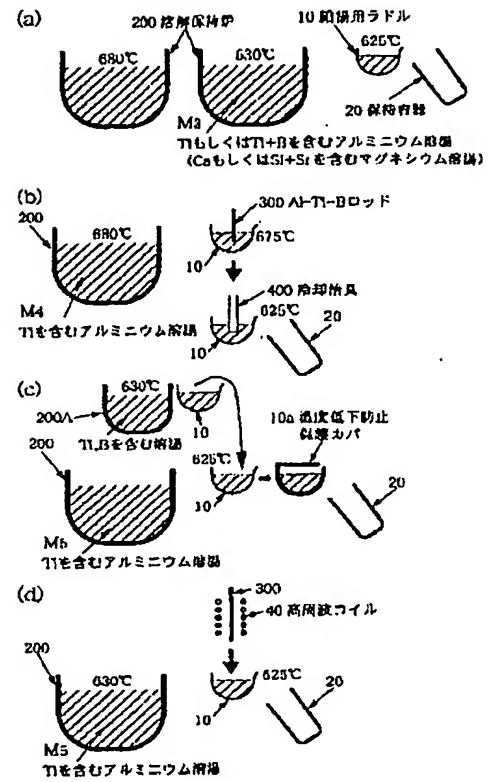


【図5】

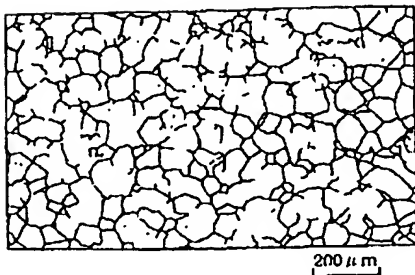
液相線温度よりも溶湯の温度が高い場合と低い場合の2相図がある



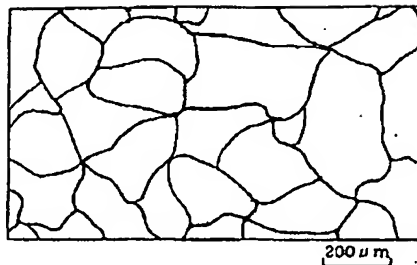
【図7】



【図13】

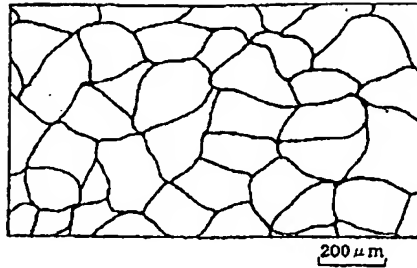


【図15】

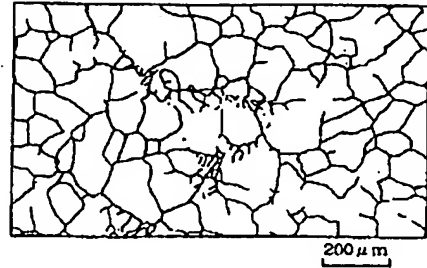




【図16】



【図17】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>

C 2 2 C 21/10

23/00

識別記号

F I

C 2 2 C 21/10

23/00

(72) 発明者 原田 康則

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地  
宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内

(72) 発明者 佐々木 寛人

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地  
宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内